SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 4594:2017

Detergen serbuk

ICS 71.100.99

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Detergen serbuk* ini merupakan revisi dari SNI 01-4594-2010, *Detergen serbuk*. Standar ini dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut:

- Menyesuaikan standar dengan perkembangan teknologi terutama dalam metode uji dan persyaratan mutu;
- Menyesuaikan standar dengan peraturan-peraturan yang berlaku;
- Melindungi keamanan, kesehatan, keselamatan dan lingkungan;
- Melindungi produsen dan konsumen

Perubahan pada standar ini dibandingkan SNI sebelumnya meliputi ruang lingkup, acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, metode uji, dan penandaan.

Standar ini dirumuskan oleh Komite Teknis 71-03, *Kimia Pembersih*, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 18 Mei 2017 di Bogor. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, pakar dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 12 Juli 2017 sampai dengan tanggal 11 September 2017 dengan hasil akhir tidak terdapat tanggapan negatif dan disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Detergen serbuk

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji detergen serbuk yang digunakan untuk mencuci bahan yang terbuat dari kain dengan menggunakan mesin cuci atau tangan.

Tidak berlaku untuk mencuci wol dan mesin cuci bukaan depan.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penerapan dokumen ini. Dokumen untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Dokumen untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amandemennya).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

SNI 6989.2, *Air dan air limbah – Bagian 2: Cara uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (Chemical Oxygen Demand/COD) dengan refluks tertutup secara spektrofotometri*

SNI 6989.14, *Air dan air limbah – Bagian 14: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dalam dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini digunakan.

3.1
detergen serbuk
detergen sintetik berbentuk bubuk atau granul, terdiri dari rantai karbon C_7 – C_{18} dengan gugus hidrofilik yang bukan karboksilat dengan tambahan zat lain, umumnya tersusun dengan bahan dasar pembentuk, pengisi dan surfaktan, mudah untuk dilarutkan, tidak berbahaya bagi kesehatan, mempunyai daya pelarut kotoran dengan hasil cucian tetap bersih.

3.2
daya biodegradasi
tingkat kemudahan bahan terurai secara alamiah (dengan mikroorganisme)

3.3
surfaktan
suatu senyawa organik dan atau campuran yang digunakan dalam detergen, bahan aktif permukaan yang terdiri atas gugus hidrofilik (larut dalam air) dan gugus hidrofobik (sedikit larut dalam air atau tidak larut dalam air) yang bekerja menurunkan tegangan permukaan air.

4 Syarat mutu

Persyaratan mutu detergen serbuk tertera pada Tabel 1.

Tabel 1 - Syarat mutu detergen serbuk

No	Parameter	Satuan	Persyaratan mutu
1.	pH	-	7 – 11
2.	Bahan tidak larut dalam air	fraksi massa, %	maks. 10
3.	Total kadar surfaktan	fraksi massa, %	min. 14
4.	Daya biodegradasi surfaktan	%	min. 60
5.	Fosfat sebagai P_2O_5	fraksi massa, %	maks. 5
CATATAN Syarat mutu daya biodegradasi minimal 60% disesuaikan dengan metode uji yang digunakan yakni *OECD* 301D			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Persiapan contoh uji

Contoh berupa serbuk, sebelum diambil untuk diuji harus diaduk terlebih dahulu sampai tercampur homogen.

6.2 pH

6.2.1 Prinsip

Pengukuran pH berdasarkan aktivitas ion hidrogen secara potensiometri dengan menggunakan pH meter.

6.2.2 Pereaksi

a. Air suling;
   air suling yang dididihkan untuk menghilangkan CO_2. pH air antara 6,2 – 7,2 pada 25 °C. Jika dipanaskan pada 105 °C selama 1 jam, sisa penguapan tidak lebih dari 0,5 mg/l.
b. Larutan standar buffer pH 4;
c. Larutan standar buffer pH 7;
d. Larutan standar buffer pH 10.

6.2.3 Peralatan

a. pH meter;
b. Pengaduk magnetik;
c. Labu ukur 1.000 ml;
d. Gelas piala;
e. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
f. Termometer dengan ketelitian 0,1 °C.

6.2.4 Persiapan larutan contoh uji

a. Timbang (1 ± 0,001) g contoh uji detergen dan pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 ml;
b. Isi sebagian labu dengan air suling bebas CO_2 dan aduk hingga contoh uji terlarut;
c. Tambahkan air suling bebas CO_2 hingga tanda tera, tutup labu ukur dan homogenkan;
d. Tuang larutan ke dalam gelas piala;
e. Diamkan larutan untuk mencapai kesetimbangan pada suhu ruang (25 ± 2,0) °C.

6.2.5 Prosedur

a. Kalibrasi pH meter dengan larutan standar buffer;
b. Bilas dengan air suling bebas CO_2 dan keringkan elektroda dengan tisu;
c. Celupkan elektroda ke dalam larutan contoh uji sambil diaduk;
d. Catat hasil pembacaan pH pada tampilan pH meter.

6.3 Bahan tidak larut dalam air

6.3.1 Prinsip

Bahan tidak larut dalam air yang tertinggal pada penyaring, dikeringkan serta ditimbang sampai bobot tetap.

6.3.2 Pereaksi

a. Fenolftalein;
b. Etanol netral (95%); yang baru dipanaskan kemudian netralkan dengan air menggunakan indikator fenolftalein;
c. Etanol netral (absolut); yang baru dipanaskan kemudian netralkan dengan air menggunakan indikator fenolftalein.

6.3.3 Peralatan

a. Gelas piala 250 ml;
b. Erlenmeyer 300 ml;
c. Pompa vakum;
d. Penangas air;
e. Pengaduk;
f. Cawan Gooch;
g. *Glass wool pad*;
h. Labu volumetri 250 ml;
i. Kertas saring dengan ukuran porositas maksimal 200 µm;
j. Desikator;
k. Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
l. Oven (105 ± 2) ^{o}C.

6.3.4 Prosedur

a. Timbang (2 ± 0,001) g contoh dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml;
b. Tambahkan 100 ml etanol netral 95%, tutup gelas piala kemudian panaskan di atas penangas air sambil diaduk dan maserasi sampai larut sempurna, biarkan mengendap;
c. Saring larutan supernatant (larutan bagian atas) dengan menggunakan cawan Gooch dengan *glasswool pad* yang telah diketahui bobot tetapnya (w_1) ke dalam Erlenmeyer 300 ml yang dilengkapi dengan pompa vakum;
d. Ekstrak residu dan bahan yang masih menempel dengan 25 ml larutan etanol netral (95 %) dalam gelas piala dan saring dengan cawan Gooch yang dilengkapi pompa vakum;

e. Ulangi prosedur ini sampai tiga kali;
f. Terakhir uapkan etanol yang tertinggal, larutkan residu dengan ± 5 ml air panas;
g. Endapkan kembali bahan yang tidak larut dalam etanol dengan penambahan sedikit – sedikit 50 ml etanol (absolut) sambil diaduk;
h. Panaskan larutan hingga mendidih di atas penangas air;
i. Saring dengan kertas saring;
j. Pindahkan residu dari kertas saring ke dalam cawan Gooch;
k. Bilas cawan Gooch dengan etanol netral (95%) beberapa kali;
l. Bilas bahan tak larut dalam etanol yang tertinggal di cawan Gooch dengan air panas sampai larutan tidak alkali dengan indikator fenolftalein;
m. Keringkan cawan Gooch dan residu di dalam oven (105 ± 2) ^{o}C;
n. Dinginkan dalam desikator sampai bobot tetap (w_2).

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Bahan tidak larut dalam air} = \frac{w_2 - w_1}{w} \times 100$$

Keterangan:
Bahan tidak larut dalam air, % fraksi massa;
W adalah bobot contoh uji, g;
W_1 adalah bobot penyaring kosong, g;
W_2 adalah bobot penyaring berisi endapan, g.

6.4 Total kadar surfaktan

Total kadar surfaktan dalam detergen adalah bahan yang larut dalam etanol dikurangi dengan bahan yang larut dalam petroleum eter. Bahan aktif penyusun detergen (surfaktan anionik, nonionik, kationik dan amfoterik) maupun bahan selain bahan aktif penyusun detergen (bahan organik yang tidak bereaksi, parfum, lemak alkanolamida, asam lemak bebas dan *wax)* dapat terlarut dalam etanol. Bahan selain bahan aktif penyusun detergen dapat terlarut juga dalam petroleum eter.

6.4.1 Penentuan bahan yang larut dalam etanol

6.4.1.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam etanol dan berat dari bahan yang larut dalam etanol akan diperoleh.

6.4.1.2 Pereaksi

a. Etanol 95%
b. Etanol 99,5%

6.4.1.3 Peralatan

a. Erlenmeyer 300 ml;
b. Pendingin tegak dengan tinggi minimal 65 cm;
c. Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
d. Penangas air;
e. Penyaring gelas;
f. Gelas piala 200 ml;
g. Labu ukur 250 ml;
h. Pipet Volumetri 100 ml;
i. Oven (105 ± 2) °C.

6.4.1.4 Prosedur

a. Timbang 5 g contoh (S) dengan ketelitian 1 mg, masukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml;
b. Tambahkan 100 ml etanol (99,5%); hubungkan dengan pendingin tegak, kemudian dipanaskan selama 30 menit di atas penangas air sambil sesekali diaduk;
c. Saring larutan hangat dengan menggunakan penyaring gelas;
d. Tambahkan lagi 50 ml etanol (95%) ke dalam Erlenmeyer untuk melarutkan bahan yang menempel di Erlenmeyer lalu saring;
e. Dinginkan filtrat sampai suhu ruang;
f. Pindahkan filtrat ke dalam labu ukur 250 ml dan tambahkan etanol (95%) sampai tanda tera;
g. Ambil dengan pipet volumetri 100 ml dan pindahkan ke gelas piala 200 ml yang telah diketahui bobot kosongnya;
h. Panaskan di atas penangas air untuk menghilangkan etanolnya;
i. Keringkan di dalam oven (105 ± 2) °C selama 1 jam;
j. Dinginkan dalam desikator sampai bobot tetap lalu timbang;
k. Hitung kadar bahan yang larut dalam etanol menggunakan persamaan :

$$C_{et} = \frac{A}{S \times \left(\frac{100}{250}\right)} \times 100 = \frac{250 \times A}{S}$$

Keterangan:

C_{et} adalah bahan yang larut dalam etanol, %;
A adalah sisa bahan setelah pengeringan, g;
S adalah bobot contoh, g;
$\left(\frac{100}{250}\right)$ adalah $\left(\frac{\text{volume filtrat yang dipipet, ml}}{\text{volume akhir contoh, ml}}\right)$

6.4.2 Penentuan bahan yang larut dalam petroleum eter

6.4.2.1 Prinsip

Larutan contoh dengan campuran air-etanol diekstraksi dengan petroleum eter untuk memperoleh bahan yang larut dalam petroleum eter.

6.4.2.2 Pereaksi

a. Petroleum eter, titik didih (30 – 60) ^{o}C ;
b. Larutan campuran air – etanol, campuran etanol dan air suling dalam jumlah yang sama;
c. Air suling;
d. Natrium sulfat anhidrat, Na_2SO_4;
e. 0,5 mol/l larutan natrium hidroksida, NaOH;
f. Larutan fenolftalein 1% (larutan indikator), 1 g fenolftalein dilarutkan di dalam 100 ml etanol (95%);

6.4.2.3 Peralatan

a. Erlenmeyer 300 ml;
b. Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
c. Corong pemisah;
d. Penangas air;
e. Kertas saring.

6.4.2.4 Prosedur

a. Timbang 10 g contoh dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml;
b. Larutkan dalam 200 ml campuran air – etanol;
c. Saring jika ada bagian yang tidak larut;
d. Tambahkan 5 ml larutan sodium hidroksida 0,5 mol/l, tambahkan beberapa tetes larutan indikator fenolftalein untuk memastikan bahwa larutan telah basa;
e. Pindahkan ke corong pemisah 500 ml, ekstrak tiga kali dengan 50 ml petroleum eter. Jika emulsi semakin banyak, tambahkan sedikit etanol untuk menghilangkannya;
f. Pada lapisan petroleum eter cuci tiga kali dengan 30 ml larutan campuran air – alkohol, dan cuci dua kali dengan 30 ml air;
g. Keringkan dengan natrium sulfat anhidrat sampai tidak ada lapisan air;
h. Saring dengan menggunakan kertas saring kering ke dalam Erlenmeyer 300 ml yang telah diketahui bobotnya. Bilas kertas saring dengan sedikit petroleum eter;
i. Panaskan larutan dalam penangas air untuk menguapkan petroleum eter, biarkan Erlenmeyer di dalam desikator sampai suhu ruang;
j. Alirkan udara kering ke dalam Erlenmeyer untuk menghilangkan sisa petroleum eter sampai bau petroleum eter hilang;
k. Timbang sampai bobot tetap;
l. Hitung kadar bahan yang larut dalam petroleum eter menggunakan persamaan :

$$C_{pe} = \frac{A}{S} \times 100$$

Keterangan:
C_{pe} adalah bahan yang larut dalam petroleum eter, %;
A adalah jumlah yang terekstraksi dalam petroleum eter, g;
S adalah bobot contoh, g.

6.4.3 Perhitungan total kadar surfaktan

Total kadar surfaktan=C_{et} - C_{pe}

Keterangan
Total kadar surfaktan, %;
C_{et} adalah bahan yang larut dalam etanol, %;
C_{pe} adalah bahan yang larut dalam petroleum eter, %.

6.5 Daya biodegradasi surfaktan

6.5.1 Prinsip

Contoh dalam medium mineral diinokulasi dengan sejumlah mikro-organisme kemudian dimasukan dalam botol dengan volume penuh, disimpan pada ruang gelap pada suhu konstan. Degradasi diuji dengan analisis oksigen terlarut/ *Dissolved Oxygen (DO)* selama 28 hari. Jumlah oksigen yang digunakan mikroba selama proses biodegradasi terhadap contoh atau jumlah oksigen terlarut pada proses pengujian dikoreksi dengan oksigen pada blanko dan dinyatakan sebagai persentase kebutuhan oksigen kimia/*Chemical Oxygen Demand* (*COD*).

6.5.2 Pereaksi

a. Air bebas ion atau air suling;
b. Kalium dihidrogen ortofosfat, KH_2PO_4;
c. Dikalium hidrogen ortofosfat, K_2HPO_4;

d. Dinatrium hidrogen ortofosfat dehidrat, $Na_2HPO_4.2H_2O$;
e. Amonium klorida, NH_4Cl;
f. Kalsium klorida anhidrat, $CaCl_2$ atau kalsium klorida dihidrat, $CaCl_2.2H_2O$;
g. Magnesium sulfat heptahidrat, $MgSO_4.7H_2O$;
h. Besi (III) klorida heksahidrat, $FeCl_3.6H_2O$;
i. Natrium asetat, CH_3COONa atau natrium benzoat, C_6H_5COONa sebagai larutan referensi.

6.5.3 Peralatan

a. Botol BOD dengan tutup asah 250 ml sampai 300 ml atau 100 ml sampai 125 ml minimal 70 botol;
b. Penangas air atau inkubator, untuk menjaga botol pada suhu konstan (± 1 ^oC);
c. Botol kaca 5 l sampai 10 l untuk persiapan media;
d. DO meter atau peralatan dan reagen untuk titrasi Winkler.

6.5.4 Prosedur

6.5.4.1 Pembuatan larutan induk untuk medium mineral

Persiapan larutan induk menggunakan bahan – bahan kimia pro analisa (p.a):

a. Larutkan 8,50 g kalium dihidrogen ortofosfat (KH_2PO_4), 21,75 g dikalium hidrogen ortofosfat (K_2HPO_4), 33,40 g dinatrium hidrogen ortofosfat dehidrat ($Na_2HPO_4.2H_2O$) dan 0,50 g amonium klorida (NH_4Cl) dalam 1 l air bebas mineral/air suling. pH larutan akan menjadi 7,4. Bila tidak, maka diatur pada 7,4 ± 0,2 dengan penambahan HCl 0,1 N atau NaOH 0,1 N;
b. Larutkan 27,50 g kalsium klorida anhidrat ($CaCl_2$) atau 36,40 g kalsium klorida dihidrat, ($CaCl_2.2H_2O$) dalam 1 l air bebas mineral /air suling;
c. Larutkan 22,50 g magnesium sulfat heptahidrat ($MgS0_4.7H_20$) dalam 1 l air bebas mineral/air suling;
d. Larutkan 0,25 g besi (III) klorida heksahidrat ($FeCl_3.6H_20$) dalam 1 l air bebas mineral/air suling.

CATATAN 1 Untuk menghindari terjadinya kontaminasi terhadap larutan induk sebelum digunakan, tambahkan 1 tetes HCl pekat atau 0,4 g ethylene-diaminetetra-acetic acid (EDTA) (garam disodium) per-Liter larutan.

CATATAN 2 Jika larutan induk terbentuk endapan, ganti dengan larutan induk yang baru dibuat.

6.5.4.2 Persiapan medium mineral

A. Volume total medium mineral:

$V_{MM} = n_{botol} \times V_{botol}$

Keterangan:

V_{MM} adalah volume medium mineral, ml
n_{botol} adalah jumlah botol BOD yang digunakan
V_{botol} adalah volume botol BOD yang digunakan,ml

<u>Contoh perhitungan:</u>

Jika jumlah botol BOD 100 ml yang digunakan adalah 70 buah maka volume total medium mineral adalah:

V_{MM} = 70 buah x 100 ml = 7.000 ml ≈ 10.000 ml ≈ 10 l

B. Pembuatan medium mineral:

a. Masukkan masing-masing 1 ml larutan induk (a), (b), (c) dan (d) pada 6.5.4.1 ke dalam Erlenmeyer 1 l;
b. Tambahkan 800 ml air bebas mineral/air suling jenuh oksigen dengan DO 9 mg/l pada suhu 20 °C, aduk hingga homogen lalu tepatkan sampai 1 l;
c. Buat medium mineral ini sejumlah 6.5.4.2.B;

CATATAN Penjenuhan oksigen dapat dilakukan dengan mengalirkan oksigen ke medium mineral dengan menggunakan aerator yang dilengkapi filter bebas organik. Apabila digunakan udara tekan, udara tersebut tidak boleh mengandung zat-zat lain seperti minyak, air, dan gas.

6.5.4.3 Pembuatan inokulum (bibit mikroba)

Cara 1

a. Ambil supernatan dari efluen pengolahan limbah sekunder atau unit skala laboratorium yang mengolah limbah domestik;
b. Biarkan mengendap selama 1 jam atau saring dengan kertas penyaring kasar;
c. Jaga filtrat tetap dalam kondisi aerobik sampai dengan pemakaian;
d. Masukkan satu tetes (0,05 ml) sampai 5 ml filtrat untuk setiap liter medium mineral untuk mendapatkan jumlah mikroba sebanyak (10^4 - 10^6) sel/l. Uji coba diperlukan untuk memperoleh volume optimum.

CATATAN Analisis perhitungan mikroba dilakukan menurut *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Pour Plate Method (9215 B).*

Cara 2

Suspensi bibit mikroba dapat dibuat dari *BOD seed* yang tersedia secara komersial.

6.5.4.4 Pembuatan larutan induk untuk contoh uji

Buat larutan induk contoh uji dengan konsentrasi 1 g/l dengan cara menimbang 1 g contoh dan larutkan dalam 1 l air suling.

6.5.4.5 Penentuan volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral

Konsentrasi contoh yang diuji antara 2 mg/l sampai 10 mg/l (OECD 301D). Konsentrasi sangat tergantung pada karakteristik contoh uji. Uji coba diperlukan untuk memperoleh konsentrasi optimum yang dapat menghasilkan penurunan oksigen terlarut maksimal 1,5 mg/l setelah inkubasi 28 hari dan konsentrasi oksigen terlarut pada botol uji BOD setiap saat tidak boleh di bawah 0,5 mg/l.

Volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral dapat ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_c = \frac{V_2 \times N_2}{N_c}$$

Keterangan:
V_c adalah volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral, ml;
V_2 adalah volume total medium mineral (lihat 6.5.4.2.A), ml;
N_c adalah konsentrasi larutan induk contoh uji (lihat 6.5.4.4), mg/l;
N_2 adalah konsentrasi contoh yang diuji, mg/l.

Contoh perhitungan untuk konsentrasi contoh 2 mg/l:

$$V_c = \frac{V_2 \times N_2}{N_c} = \frac{10.000 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/l}}{1.000 \text{ ml}} = 20 \text{ ml}$$

Ambil 20 ml larutan induk, masukkan ke dalam Erlenmeyer 10 l. Tambahkan medium mineral hingga mencapai 10 l.

6.5.4.6 Pembuatan larutan induk untuk larutan referensi

Buat larutan induk untuk larutan referensi dengan konsentrasi 1 g/l dengan cara menimbang 1 g larutan referensi dan larutkan dalam 1 l air suling.

6.5.4.7 Penentuan volume larutan referensi dalam medium mineral

Konsentrasi larutan referensi sama dengan konsentrasi larutan induk contoh uji yang digunakan.

Volume larutan referensi dalam medium mineral dapat ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_r = \frac{V_2 \times N_2}{N_r}$$

Keterangan:
V_r adalah volume larutan referensi dalam medium mineral, ml;
V_2 adalah volume total medium mineral (lihat 6.5.4.2.A), ml;
N_r adalah konsentrasi larutan induk untuk larutan referensi (lihat 6.5.4.6), mg/l;
N_2 adalah konsentrasi larutan referensi, mg/l.

Contoh perhitungan untuk konsentrasi referensi 2 mg/l:

$$V_r = \frac{V_2 \times N_2}{N_r} = \frac{10.000 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/l}}{1.000 \text{ ml}} = 20 \text{ ml}$$

Ambil 20 ml larutan induk untuk larutan referensi, masukkan ke dalam Erlenmeyer 10 l. Tambahkan medium mineral hingga mencapai 10 l.

6.5.4.8 Persiapan botol BOD

Siapkan botol BOD satu seri pengujian untuk 2 varian konsentrasi contoh uji dan pengujian duplo dengan interval waktu pengujian 0, 7, 14, 21 dan 28 hari.

A. 20 (dua puluh) botol berisi contoh uji dan inokulum (larutan uji):

a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
b. Masukkan larutan induk contoh uji dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.5);
c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
d. Beri identitas $AX_{(0)1}$, $AX_{(0)2}$, $AX_{(7)1}$, $AX_{(7)2}$, $AX_{(14)1}$, $AX_{(14)2}$, $AX_{(21)1}$, $AX_{(21)2}$, $AX_{(28)1}$, $AX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $AY_{(0)1}$, $AY_{(0)2}$, $AY_{(7)1}$, $AY_{(7)2}$, $AY_{(14)1}$, $AY_{(14)2}$, $AY_{(21)1}$, $AY_{(21)2}$, $AY_{(28)1}$, $AY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 ^{o}C dalam kondisi gelap;
e. Ukur oksigen terlarut pada botol $AX_{(0)1}$, $AX_{(0)2}$, $AY_{(0)1}$, $AY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;
f. Ulangi prosedur 6.5.4.8.A.e untuk botol $AX_{(7)1}$, $AX_{(7)2}$, $AY_{(7)1}$, $AY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $AX_{(14)1}$, $AX_{(14)2}$, $AY_{(14)1}$, $AY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $AX_{(21)1}$, $AX_{(21)2}$, $AY_{(21)1}$, $AY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $AX_{(28)1}$, $AX_{(28)2,}$ $AY_{(28)1}$, $AY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

B. 10 (sepuluh) botol berisi inokulum (blanko inokulum):

a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
b. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 10 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
c. Beri identitas $BX_{(0)1}$, $BX_{(0)2}$, $BX_{(7)1}$, $BX_{(7)2}$, $BX_{(14)1}$, $BX_{(14)2}$, $BX_{(21)1}$, $BX_{(21)2}$, $BX_{(28)1}$, $BX_{(28)2}$. Inkubasi pada suhu 20 ^{o}C dalam kondisi gelap.
d. Ukur oksigen terlarut pada botol $BX_{(0)1}$, $BX_{(0)2}$, $BY_{(0)1}$, $BY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;
e. Ulangi prosedur 6.5.4.8.B.d untuk botol $BX_{(7)1}$, $BX_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $BX_{(14)1}$, $BX_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $BX_{(21)1}$, $BX_{(21)2}$, yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $BX_{(28)1}$, $BX_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

C. 20 (dua puluh) botol berisi larutan referensi dan inokulum (kontrol prosedur):

a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
b. Masukkan larutan induk untuk larutan referensi dengan 2 varian konsentrasi (6. 5.4.7);
c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
d. Beri identitas $CX_{(0)1}$, $CX_{(0)2}$, $CX_{(7)1}$, $CX_{(7)2}$, $CX_{(14)1}$, $CX_{(14)2}$, $CX_{(21)1}$, $CX_{(21)2}$, $CX_{(28)1}$, $CX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $CY_{(0)1}$, $CY_{(0)2}$, $CY_{(7)1}$, $CY_{(7)2}$, $CY_{(14)1}$, $CY_{(14)2}$, $CY_{(21)1}$, $CY_{(21)2}$, $CY_{(28)1}$, $CY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 ^{o}C dalam kondisi gelap.
e. Ukur oksigen terlarut pada botol $CX_{(0)1}$, $CX_{(0)2}$, $CY_{(0)1}$, $CY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;
f. Ulangi prosedur 6.5.4.8.C.e untuk botol $CX_{(7)1}$, $CX_{(7)2}$, $CY_{(7)1}$, $CY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $CX_{(14)1}$, $CX_{(14)2}$, $CY_{(14)1}$, $CY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $CX_{(21)1}$, $CX_{(21)2}$, $CY_{(21)1}$, $CY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $CX_{(28)1}$, $CX_{(28)2,}$ $CY_{(28)1}$, $CY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

D. 20 (dua puluh) botol berisi contoh uji, larutan referensi dan inokulum (kontrol toksisitas):

a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
b. Masukkan larutan induk contoh uji dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.5) serta larutan induk untuk larutan referensi dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.7);
c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
d. Beri identitas $DX_{(0)1}$, $DX_{(0)2}$, $DX_{(7)1}$, $DX_{(7)2}$, $DX_{(14)1}$, $DX_{(14)2}$, $DX_{(21)1}$, $DX_{(21)2}$, $DX_{(28)1}$, $DX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $DY_{(0)1}$, $DY_{(0)2}$, $DY_{(7)1}$, $DY_{(7)2}$, $DY_{(14)1}$, $DY_{(14)2}$, $DY_{(21)1}$, $DY_{(21)2}$, $DY_{(28)1}$, $DY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 ^{o}C dalam kondisi gelap.
e. Ukur oksigen terlarut pada botol $DX_{(0)1}$, $DX_{(0)2}$, $DY_{(0)1}$, $DY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan.
f. Ulangi prosedur 6.5.4.8.D.e untuk botol $DX_{(7)1}$, $DX_{(7)2}$, $DY_{(7)1}$, $DY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $DX_{(14)1}$, $DX_{(14)2}$, $DY_{(14)1}$, $DY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $DX_{(21)1}$, $DX_{(21)2}$, $DY_{(21)1}$, $DY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $DX_{(28)1}$, $DX_{(28)2,}$ $DY_{(28)1}$, $DY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

6.5.5 Perhitungan

$$BOD = \frac{\text{mg } O_2/\text{l } \textit{uptake} \text{ contoh uji - } O_2/\text{l } \textit{uptake} \text{ blanko}}{\text{mg contoh uji/l dalam botol}} = \text{mg } O_2/\text{mg contoh uji}$$

$$\%\ \text{degradasi} = \frac{\text{BOD (mg } O_2/\text{mg contoh uji)}}{\text{COD (mg } O_2/\text{mg contoh uji)}} \times 100$$

CATATAN COD diukur dengan menggunakan SNI 6989.2

6.6 Fosfat (sebagai P_2O_5)

6.6.1 Prinsip

Fosfat dihidrolisis dengan asam nitrat lalu direaksikan dengan molibdovanadat membentuk garam kompleks berwarna kuning.

6.6.2 Pereaksi

a. Larutan molibdovanadat:
   Larutan A : Larutkan 1,12 g amonium vanadat dalam 200 ml sampai 300 ml akuades, tambahkan asam nitrat 250 ml.
   Larutan B : Larutkan 27 g amonium molibdat dalam 100 ml akuades. Campurkan larutan A dan B ke dalam labu ukur berwarna, lalu impitkan hingga 1.000 ml dengan akuades;
b. Larutan Standar Fosfat;
   Timbang 19,174 g Potasium dihidrogenofosfat, simpan dalam desikator selama 24 jam, lalu larutkan dalam 1.000 ml akuades. Ambil 3 ml larutan tersebut, masukkan dalam 100 ml labu ukur, tambahkan 2 ml asam nitrit, lalu impitkan hingga 100 ml dengan akuades.
c. Asam nitrat;
d. Etanol.

6.6.3 Peralatan

a. Spektrofotometer sinar tampak;
b. Labu ukur 100 ml; 200 ml; dan 1.000 ml;
c. Erlenmeyer 100 ml; 250 ml; dan 500 ml;
d. Penangas air;
e. *Filter glass;*
f. Desikator.

6.6.4 Prosedur

6.6.4.1 Persiapan contoh

a. Timbang 5 g contoh, masukkan dalam 300 ml Erlenmeyer, lalu tambahkan dengan 100 ml etanol. Panaskan di atas penangas air selama 30 menit. Saring larutan dengan penyaring Gooch berpori besar untuk menghilangkan kotoran, bilas dengan 50 ml etanol panas. Dinginkan hingga suhu ruang, lalu masukkan dalam labu ukur 250 ml dan impitkan dengan etanol;
b. Ambil 100 ml dan panaskan di atas penangas air, lalu keringkan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam dinginkan dalam desikator;

c. Larutkan dalam labu ukur 200 ml dengan akuades sampai tanda batas.

6.6.4.2 Pembuatan kurva

a. Pipet 0 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml; dan 5 ml dari larutan fosfat standar (0,3 mg P_2O_5/ml) ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 50 ml air suling pada masing-masing labu ukur.
b. Tambahkan 20 ml larutan molibdovanadat, lalu tepatkan dengan air suling sampai tanda tera;
c. Pindahkan larutan ini ke dalam sel 10 mm. Ambil larutan uji blanko sebagai larutan kontras, ukur absorbansi pada panjang gelombang 400 nm dan siapkan kurva kerja;
d. Masukan 2 ml contoh (6.6.4.1) (mengandung 0,3 mg sampai 1,5 mg sebagai fosfat) ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 50 ml air suling, 20 ml larutan molibdovanadat, lalu tepatkan dengan air suling sampai tanda tera;
e. Diamkan selama 30 menit. Ukur pada spektrofotometri dengan panjang gelombang 400 nm.

6.6.5 Perhitungan

$$C=\frac{A \times \frac{200}{B} \times \frac{200}{2}}{S \times 100} \times 100=\frac{A \times 2000}{S \times B}$$

Keterangan:

A adalah jumlah P_2O_5 dari hasil spektrofotometri, mg;
B adalah jumlah larutan yang tidak larut dalam etanol, ml;
C adalah jumlah Fosfat dalam P_2O_5 , %;
S adalah jumlah contoh, g.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji jika sesuai dengan persyaratan mutu pada pasal 4.

8 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan keterangan sekurang-kurangnya:
- nama barang;
- nama dan alamat perusahaan;
- nomor kontak layanan;
- berat bersih;
- komposisi bahan aktif;
- kode produksi;
- petunjuk cara penggunaan dalam bahasa Indonesia.

9 Pengemasan

Detergen serbuk dikemas dalam kemasan tertutup, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

Lampiran A
(Informatif)
Lembar data uji botol tertutup

1. **Nama Laboratorium:** …………………..
2. **Tanggal mulai pengujian:**…………………..
3. **Contoh uji:**

   Nama : ……………………………………………
   COD : ………………………………… mg O_2/mg contoh uji

4. **Inokulum**
   Sumber : ……………………………………………
   Perlakuan yang diberikan: ……………………………………………
   Pra-persiapan, jika ada : ……………………………………………
   Konsentrasi :……………………… ml/l

5. **Penentuan DO**
   Metode : Winkler/ DO meter

NO	Botol	Hasil pengukuran rata-rata DO (mg O_2/l)									
		Hari ke- (0)		Hari ke- (7)		Hari ke- (14)		Hari ke- (21)		Hari ke- (28)	
A	Contoh dan inokulum										
	X (… mg/l)	$AX_{(0)1}$	$AX_{(0)2}$	$AX_{(7)1}$	$AX_{(7)2}$	$AX_{(14)1}$	$AX_{(14)2}$	$AX_{(21)1}$	$AX_{(21)2}$	$AX_{(28)1}$	$AX_{(28)2}$
	Y(… mg/l)	$AY_{(0)1}$	$AY_{(0)2}$	$AY_{(7)1}$	$AY_{(7)2}$	$AY_{(14)1}$	$AY_{(14)2}$	$AY_{(21)1}$	$AY_{(21)2}$	$AY_{(28)1}$	$AY_{(28)2}$
B	Inokulum	$BX_{(0)1}$	$BX_{(0)2}$	$BX_{(7)1}$	$BX_{(7)2}$	$BX_{(14)1}$	$BX_{(14)2}$	$BX_{(21)1}$	$BX_{(21)2}$	$BX_{(28)1}$	$BX_{(28)2}$
C	Referensi dan inokulum										
	X (… mg/l)	$CX_{(0)1}$	$CX_{(0)2}$	$CX_{(7)1}$	$CX_{(7)2}$	$CX_{(14)1}$	$CX_{(14)2}$	$CX_{(21)1}$	$CX_{(21)2}$	$CX_{(28)1}$	$CX_{(28)2}$
	Y (… mg/l)	$CY_{(0)1}$	$CY_{(0)2}$	$CY_{(7)1}$	$CY_{(7)2}$	$CY_{(14)1}$	$CY_{(14)2}$	$CY_{(21)1}$	$CY_{(21)2}$	$CY_{(28)1}$	$CY_{(28)2}$
D	Contoh, referensi dan inokulum										
	X (… mg/l)	$DX_{(0)1}$	$DX_{(0)2}$	$DX_{(7)1}$	$DX_{(7)2}$	$DX_{(14)1}$	$DX_{(14)2}$	$DX_{(21)1}$	$DX_{(21)2}$	$DX_{(28)1}$	$DX_{(28)2}$
	Y (… mg/l)	$DY_{(0)1}$	$DY_{(0)2}$	$DY_{(7)1}$	$DY_{(7)2}$	$DY_{(14)1}$	$DY_{(14)2}$	$DY_{(21)1}$	$DY_{(21)2}$	$DY_{(28)1}$	$DY_{(28)2}$

6. Penurunan DO : % Degradasi (%D):

	Penurunan setelah n hari (mg/l)			
	n_1	n_2	n_3	n_x
$(m_b - a_1)^{(1)}$				
$(m_b - a_2)^{(1)}$				
$\% D_{a1} = \frac{(m_b - a_1)^{(1)}}{\text{contoh uji (mg/l) x ThOD}}$				
$\% D_{a2} = \frac{(m_b - a_2)^{(1)}}{\text{contoh uji (mg/l) x ThOD}}$				
$\% D_{mean} = \frac{D_{a1} + D_{a2}}{2}$				

*Jangan ambil rata-rata jika perbedaan signifikan di antara kedua replika.

(1) Asumsinya bahwa $m_{b(0)} = a_{1(0)} = a_{2(0)}$, dimana

$m_{b(0)}$ = nilai blanko saat hari ke-0
$a_{1(0)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-0 dalam botol 1
$a_{2(0)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-0 dalam botol 2

Jika $m_{b(0)}$ tidak setara dengan $a_{1(0)}$ atau $a_{2(0)}$, gunakan

$(a_{1(0)} - a_{1(x)}) - (m_{b(0)} - m_{b(x)})$ dan $(a_{2(0)} - a2_{(x)}) - (m_{b(0)} - m_{b(x)})$, dimana

$m_{b(x)}$ = rata-rata nilai blanko pada hari ke-x
$a_{1(x)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-x dalam botol 1
$a2_{(x)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-x dalam botol 2

7. Grafik % degradasi contoh uji terhadap waktu dan % degradasi referensi terhadap waktu

8. Penurunan DO Blanko

Konsumsi oksigen oleh blanko: $(m_{b(0)} - m_{b(28)})$ mg/l. Konsumsi oksigen oleh blanko ini penting untuk validitas uji dan nilainya maksimum 1,5 mg/l

Bibliografi

[1] ASTM D459-09. 2009. *Standard Terminology Relating to Soaps and Other Detergents*

[2] ASTM D820–93. 2016. *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Soaps Containing Synthetic Detergents*

[3] ASTM D1172-15. 2015. *Standard Guide for pH of Aqueous Solutions of Soaps and Detergents*

[4] JIS K-3362 : 1990,*Testing methods for synthetic detergent.*

[5] OECD *Guidelines for the Testing of Chemicals, Section 3 Degradation and Accumulation Test No. 301: Ready Biodegradability* (1992)

[6] *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Pour Plate method (9215 B).*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis Perumus SNI

Komite Teknis 71-03, Kimia Pembersih

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis 71-03, Kimia Pembersih

Ketua : Sumarsono
Sekretaris : Risdianto
Anggota :

1. Irwansyah
2. Murboyudo Joyosuyono
3. Lanny Widjaja
4. Nur Hidayati
5. Warsiti
6. Anastasia Riany
7. Rini Panca Ariyani
8. Yusup Santoso
9. Sumiratinah
10. Kurnia Hanafiah
11. Natalya Kurniawati

[3] Konseptor RSNI

Chicha Nuraeni
Balai Besar Kimia dan Kemasan

[4] Sekretariat penggelola Komite Teknis perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri
Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian
Jl. Jenderal Gatot Subroto Kav. 52-53, Jakarta Selatan - 12950